

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-219473

(43)Date of publication of application : 10.12.1984

(51)Int.Cl.

C23F 1/00
// G01N 1/32

(21)Application number : 58-092904

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 26.05.1983

(72)Inventor : IWASHITA YUKIHIRO
OTA TATSUO
SAKAMOTO KENYA
NOMURA YUTAKA

(54) COLOR ETCHING SOLUTION AND ETCHING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To subject a steel material to color-coded etching by each structure by treating the steel material with a soln. prepd. by adding a nitric acid to a soln. mixture composed of a picric acid/ethanol soln. and a sodium thiosulfate/citric acid soln. and treating further the material with a soln. mixture composed of said treating soln. and a nital soln., etc.

CONSTITUTION: A steel material is immersed for 3W15 seconds in a pretreating soln. prepd. by mixing a soln. A prepd. by dissolving 1W5g a picric acid in 100ml ethanol and a soln. B prepd. by mixing 1W25g sodium thiosulfate and 1W5g a citric acid in 100ml water to 1:1 and adding 1.5W4% a nitric acid to said soln. The material is washed with alcohol and is dried then the material is immersed for 3W20 seconds in a post treating soln. prepd. by mixing 10% the pretreating soln. with a 2% nital soln. or mixing 2W5% a nitric acid with 100ml ethanol to perform etching. The etched material is rinsed and dried. The steel material is color-etched by each structure by the above-mentioned method. The color-coded etching of, for example, ferrite to yellowish white, pearlite to black to pale blue, bainite to gray and martensite to yellow to brown is made possible.

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—219473

⑬ Int. Cl.³
C 23 F 1/00
// G 01 N 1/32

識別記号

庁内整理番号
7011—4K
6637—2G

⑭ 公開 昭和59年(1984)12月10日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ カラーエッチング液及びエッチング方法

⑯ 特 願 昭58—92904

⑰ 出 願 昭58(1983) 5 月26日

⑱ 発 明 者 岩下幸博

大分市大字西ノ洲1 新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

⑲ 発 明 者 太田達雄

大分市大字西ノ洲1 新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

⑲ 発 明 者 坂本研哉

大分市大字西ノ洲1 新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

⑲ 発 明 者 野村豊

大分市大字西ノ洲1 新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

⑳ 出 願 人 新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2 丁目6
番3号

㉑ 代 理 人 弁理士 谷山輝雄 外3名

明 細 書

1. 発明の名称

カラーエッチング液及びエッチング方法

2. 特許請求の範囲

- 1 エタノール100 mlにピクリン酸を1～5 %の割合で溶解したA液、水100 mlにチオ硫酸ナトリウム1～25 %とクエン酸1～5 %の割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5～4 %の割合で添加混合した前処理液と、2 %ナイタル液に前記前処理液を10 %の割合で混合するか、又はエタノール100 mlに硝酸2～5 %の割合で混合した後処理液からなることを特徴とするカラーエッチング液。
- 2 エタノール100 mlにピクリン酸を1～5 %の割合で溶解したA液、水100 mlにチオ硫酸ナトリウム1～25 %とクエン酸1～5 %の割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5～4 %の割合で添

加混合した前処理液に鋼材を3～15秒浸漬後、アルコールで洗浄し乾燥した後、2 %ナイタル液に前記前処理液を10 %の割合で混合するか、又はエタノール100 mlに硝酸2～5 %の割合で混合した後処理液の何れかに3～20秒浸漬後、水洗し、乾燥することを特徴とするエッチング方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、鋼材の持つ組織を各組織別に色別可能にエッチングし、しかも粒界の現出を自由にコントロールできるカラーエッチング液及びその液を用いたエッチング方法に関するものである。

鋼材の性質を支配する要因の一つである組織は、通常、組織写真、組織測定(面積率、粒径、粒周長等)、組織別硬度等によつて調査される。

従来は、5 %ナイタル腐食液にて現出した組織によつて前述の諸調査を行つてゐるが、次のような問題点があつた。即ち、各組織の鮮明度が組織定量化のための機械処理能力に一部

(フエライト)を除いて滴さないため一旦組織を写真に撮り、これを人の判断によつて組織別に着色色別けした後機械的画像処理で組織定量化をしていた。また、従来の腐食液は粒界が現出するためこれが機械的画像処理を複雑にしていた。このため、多大の労力と時間を要し、多大の処理費を費やしていた。更には、鋼材の成分、加工形態等により組織の一部(パーライト、ベーナイト、マルテンサイト)が肉眼でも判別し難いものがあり、あえて実行した場合の精度低下等必要な調査にも制限が生じていた。

本発明は、上記の如き従来技術の問題点を単に解決するのではなく、根本的な改革を前提に鋼材のフエライト、パーライト、ベーナイト、マルテンサイト等の各組織を組織別に色別可能なエッチング液の開発と、それによるエッチング方法の開発を目的に各種試験をもとに莫大な実験、検討を重ねた結果なされたもので、その特徴とするところは、1.エタノール100mlにピクリン酸を1～5gの割合で溶解したA液、

水100mlにチオ硫酸ナトリウム1～25gとクエン酸1～5gの割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5～4%の割合で添加混合した前処理液と、2%ナイター液に前記前処理液を10%の割合で混合するか、又はエタノール100mlに硝酸2～5%の割合で混合した後処理液からなることを特徴とするカラーエッチング液、2.エタノール100mlにピクリン酸を1～5gの割合で溶解したA液、水100mlにチオ硫酸ナトリウム1～25gとクエン酸1～5gの割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5～4%の割合で添加混合した前処理液に鋼材を3～15秒浸漬後、アルコールで洗浄し、乾燥した後、2%ナイター液に前記前処理液を10%の割合で混合するか、又はエタノール100mlに硝酸2～5%の割合で混合した後処理液の何れかに3～20秒浸漬後、水洗し、乾燥することを特徴とするエッチング方法にある。

本発明のカラーエッチング液がどのような反

応機構から鋼材の各組織別にかくも鮮明な色別を提供するのか定かでないが、チオ硫酸ナトリウムとクエン酸が少なくとも前記した鋼材の四つの組織を色別することと粒界の現出が後処理液の硝酸濃度と浸漬時間によつて左右されることの発見が端緒で、この発見をもとに重ねる実験で上記した構成液が最も鮮明にかつ再現性よく誰れもが何れの場所においても常に同等のカラーエッチングを示すことを確認したものである。

次に本発明を実施例に基いて詳細に説明する。

(i) エッチング液の構成

前処理液

A液：ピクリン酸3g/エタノール100ml溶液

B液：チオ硫酸ナトリウム5g、クエン酸3g/H₂O 100ml溶液

A液とB液を1:1で混合後、硝酸2%を添加した液

後処理液

硝酸5ml/エタノール100ml溶液

(ii) 供試鋼材

表 1

成分 鋼材	C	Si	Mn	P	S
A	0.174	0.017	1.22	0.020	0.003
B	0.137	0.022	0.72	0.018	0.004
C	0.096	0.015	0.55	0.015	0.013

(iii) 処理方法

前処理液に5秒間浸漬後、鋼材を取り出し、メチルアルコールで洗浄後、送風乾燥(好ましくは40℃以下)を行い、次いで後処理液に5秒間浸漬後、鋼材を取り出して、流動水で洗浄後、送風乾燥(好ましくは40℃以下)した各鋼材を5～10分でカラー撮影した。

□ 処理結果

表 2

組 織	発 色 色 彩	鋼 材
フェライト	黄白色	A、B、C
パーライト	黒色～淡青色	A、B、C
ベーナイト	灰色	A
マルテンサイト	黄色～茶色	B、C

○ 測定結果

本例は、供試鋼の上記発色にもとづいて、硬度については超微量硬度計、面積率については機械的画像処理によつて測定算出したものである。

表 3

組 織	硬 度 Hv-10g	面 積 率%	鋼 材
フェライト	125～131	80.3	B
パーライト	182～229	13.6	C
ベーナイト	150～162	36.5	A
マルテンサイト	313～426	11.3	C

することが好ましく、又、作成後6時間以上を経ると沈着物が発生し、反応に変化が生ずることがあるので、適当な変質防止剤を用いない場合は6時間を超える保存は避けることが望ましい。

本発明によると、既述の説明から明白なように鋼材の各組織を組織別に鮮明に色別できることから、そのままカラー組織写真を得ることができ、又、調査目的により粒界の現出を自由にコントロール可能であり、その上腐食リソルから直接組織計測のための機械的画像処理が可能で多大の労力、時間、処理費が節減できるばかりでなく、新鋼材の開発速度を大巾に促進する等工業上もたらす効果は大きい。

本実施例におけるA、B、C各鋼材のエッチング特性をまとめると次のようになり、これ等を配慮して実用的なカラーエッチングが実現するのは、本発明が限定する液の構成範囲とエッチング方法であり、これを外れると次記する各特性は実用性の低下を招く。

- (C)が低くて加工歪の大きいもの程色が出難い。
- チオ硫酸ナトリウムの濃度が高い程、色は濃くなるが汚れが出やすい。
- 処理（前・後共）の時間が20秒を超えると表面の肌が荒れ始める。
- 液温が高くなると（30～40℃）表面の肌が荒れ始める。
- 硝酸の濃度によつてパーライトの色彩が黒色から淡青色の間で変化する。
- 粒界は後処理液の硝酸濃度が低くなるが、浸漬時間が長くなると現出がみられる。

又、処理液は作成後ガスの発生を伴うことがあるので作成後15分程度経過してから使用